*File 351: Alerts can now have images sent via all delivery methods. See HELP ALERT and HELP PRINT for more info. 1 PN=EP 557196 <u>51</u> 1/7/1 DIALOG(R) File 351: Derwent WPI (c) 2003 Thomson Derwent. All rts. reserv. 009572941 WPI Acc No: 1993-266487/*199334* Cosmetic eye make-up cosmetic compsn. - comprising wax ag. micro-dispersion, water soluble film forming polymer and pigments, for application to eyelashes and edge of eyelids Patent Assignee: L'OREAL SA (OREA) Inventor: MELLUL M; PIOT B Number of Countries: 017 Number of Patents: 009 Patent Family: Patent No Kind Date Applicat No Kind Date Week EP 557196 Al 19930825 EP 93400409 Α 19930218 199334 FR 2687569 Al 19930827 FR 922059 Α 19920221 199345 19930822 CA 2089984 CA 2089984 Α Α 19930219 199346 JP 6009341 19940118 JP 9332141 Α Α 19930222 EP 557196 B1 19960103 EP 93400409 Α 19930218 199606 DE 69301166 Ε 19960215 DE 601166 Α 19930218 199612 EP 93400409 Α 19930218 ES 2082598 **T**3 19960316 EP 93400409 19930218 199618 Α US 5849278 Α 19981215 US 9320073 Α 19930219 199906 US 95458764 Α 19950602 US 5858338 19990112 US 9320073 Α. 19930219 199910 US 95475083 Α 19950607 Priority Applications (No Type Date): FR 922059 A 19920221 Cited Patents: EP 394078; EP 477053; GB 2216797; WO 9112793; EP 394079; FR 2234359 Patent Details: Patent No Kind Lan Pg Main IPC Filing Notes A1 F 17 A61K-007/00 EP 557196 Designated States (Regional): AT BE CH DE DK ES FR GB GR IT LI NL PT SE FR 2687569 24 A61K-007/032 A1 CA 2089984 A F A61K-007/032 JP 6009341 Α 14 A61K-007/032 B1 F 20 A61K-007/00 EP 557196 Designated States (Regional): AT BE CH DE DK ES FR GB GR IT LI NL PT SE DE 69301166 Ε A61K-007/00 Based on patent EP 557196 ES 2082598 Т3 A61K-007/00 Based on patent EP 557196

File 351:Derwent WPI 1963-2003/UD.UM &UP=200317

(a) 2003 Thomson Derwent

Abstract (Basic): EP 557196 A

Α

Α

US 5849278

US 5858338

Eye make up compsn. comprises an aq. dispersion of wax particles, a

A61K-007/00

A61K-007/032 Div ex application US 9320073

Cont of application US 9320073

water-soluble film forming polymer and pigments, the dispersion being an ag. microdispersion of at least a wax.

Pref. these have a viscosity of 2.5-35 Pa.s (3.5-25) at 25 deg.C. The compsh. contains 0.1-40 (5-30) wt. % wax; the wax(es) has a m.pt. of 30-100 deg.C. Pref. waxes are vegetable waxes from carnauba, candeilila and Aifa waxes. The (mixt. of) wax(es) contains at least 20 wt. % (pref. at least 50 wt. %) of the vegetable wax, w.r.t. total wax, and it may also contain another wax and/or an oil, provided that the mixt. of waxes and opt. of oil has a final m.pt. greater than 50 deg.C amt. of other oils and waxes is at most 30 (pref. at most 10) wt. % w.r.t. waxes.

USE/AOVANTAGE - Used for application to eyelashes and the edge of eyelids. Viscous compsn. (mascaras) can be obtd. which allow a deposit to be formed on eyelashes, which while being smooth and uniform, imparts a thickening effec

Dwg.0/0

Abstract (Equivalent): EP 557196 B

Make-up composition for the eyes, characterised in that it comprises an aqueous dispersion of wax particles, at least one water-soluble film-forming polymer and pigments, and in that the dispersion is an aqueous microdispersion of at least one wax, the said composition having a viscosity of 2.5 Pa s to 35 Pa s, at 25 deg.C.

Owg.0/0

Derwent Class: A96; D22
International Patent Class (Main): A61K-007/00; A61K-007/032
International Patent Class (Additional): A61K-007/02; A61K-007/48

1 PN=EP 847752

2/7/1

DIALOG(R) File 351: Derwent WPI

(c) 2003 Thomson Derwent. All rts. reserv.

011908329

WPI Acc No: 1998-325239/199829

Non-transfer cosmetic compositions, e.g. lipsticks - containing volatile and non-volatile oils and wax, including fluorinated compound, and having specific solubility parameters

Patent Assignee: L'OREAL SA (OREA); L'OREAL CO (OREA)

Inventor: ARNAUD P; BEAUMARO S

Number of Countries: 029 Number of Patents: 013

Patent Family:

Patent No Kind Date Applicat No Kind Date Week FR 2756176 Al 19980529 FR 9614484 A 19961126 199829 B EP 847752 Al 19980617 EP 97402768 Α 19971118 199829 JP 10158118 Α 19980616 JP 97324800 19971126 199834 A CA 2220033 A 19980526 CA 2220033 A 19971125 199838



(1) Numéro de publication : 0 557 196 A1

12

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(21) Numéro de dépôt : 93400409.4

(f) Int. Cl.⁵: **A61K 7/00**, A61K **7/032**, A61K **7/48**

(22) Date de dépôt : 19.02.93

(30) Priorité: 21.02.92 FR 9202059

(3) Date de publication de la demande : 25.08.93 Bulletin 93/34

(A) Etats contractants désignés : AT BE CH DE DK ES FR GB GR IT LI NL PT SE

71 Demandeur : L'OREAL 14, Rue Royale F-75009 Paris (FR) (72) Inventeur : Plot, Bertrand
13, rue du Transvaal
F-92250 La Garenne Colombes (FR)
Invanteur : Mellul, Myriam
17, Allée du Parc de la Blèvre
F-94240 l'Hay Les Roses (FR)

(4) Mendetaire : Tonnelller, Jean-Claude Cabinet Nony & Cle. 29, rue Cambacérèa F-75008 Parla (FR)

- S Composition cosmétique pour le maquillage des yeux, comprenant uns microdispersion de cire.
- © Composition cosmétique pour le maquillage des yeux comprenent une dispersion aqueuse de particules de cire, au moins un polymère filmogène hydrosoluble et des pigments, ladite dispersion étant une microsdispersion de particules colloïdales de cire.

On peut ainsi réaliser notamment des compositions visqueuses (mascaras) qui permettent d'obtenir sur les cils un dépôt qui, tout en étant lisse et régulier, confère un effet d'épaississement.

La présente invention se rapporte à une composition de maquillage des yeux (cils et bord des paupières) dont les propriétés sont améliorées par la présence de cire à l'état microdispersé, essociée à des polymères hydrosolubles et des pigments utilisés de façon classique dans ce type de composition.

Généralement, les compositions en vue du maquillage des cits, encore appelées "mascaras", ou des paupières (appelées ligneurs ou "eye-liners") sont constituées par des cires dispersées à l'eide d'un tensioactif dans une phèse equeuse contenant des polymères hydrosolubles et des pigments.

En choisissant qualitativement et quantitativement les cires et les polymères hydrosolubles, l'homme de l'ert sait formuler des mascaras eyant des caractéristiques distinctes.

Ainsi, il est possible de réaliser diverses compositions qui, eppliquées sur les cils, induisent des effets variés (allongement ou recourbement ou épaisssissement des cils). Il est en outre souhaitable d'obtenir un maquitlage des cils dit "régulier", qui correspond à un état de surface lisse des cils après maquillage.

Il est difficile de concevoir un maquillage pour les cils à le fois épaississant et régulier, car l'effet épaississant est réalisé avec des compositions visqueuses et celles-ci sont incompatibles evec un dépôt lisse régulier.

On e maintenent découvert que des compositions cosmétiques pour les cils renfermant des polymères hydrosolubles filmogènes, dens une microdispersion de cire contenant des pigments, induisent de façon surprenante des caractéristiques de maquillege très intéressentes. En effet, elles confèrent un bon effet d'épaississement des cils tout en donnent un maquillege très lisse et régulier, malgré une viscosité élevée de le composition, qui est nécessaire pour l'epplication sur les cils à l'eide d'une brosse.

Dans la demende de brevet européen EP-394 078, on e décrit l'utilisation comme composition cosmétique ou support de composition cosmétique pour cheveux, d'une composition fluide constituée essentiellement par une microdispersion stable de cires dans un véhicule liquide equeux.

On e découvert que, de feçon surprenante, après addition de polymères filmogènes et de pigments, des compositions à base de microdispersions de cire présentent des quelités remarquables de dépôt régulier et lisse sur les cils.

La présente invention e pour objet une composition cosmétique pour le maquillege des yeux, caractérisée par le fait qu'elle comprend une dispersion aqueuse de particules de cire, eu moins un polymère filmogène et des pigments, et que ladite dispersion de cire est une microdispersion aqueuse d'au moins une cire.

Ladite composition e générelement une viscosité de 2,5 Pe.s à 35 Pe.s, comprise par exemple entre 3,5 et 25 Pa.s, à 25°C.

Les microdispersions de cire, qui sont des dispersions etables de particules colloïdeles de cire, sont connues et peuvent être préparées selon des méthodes connues ; voir par exemple "Microemulsions Theory end Practice", L.M. Prince Ed., Academic Press (1977) pages 21-32.

Les particules de la microsdispersion de cire ont des dimensions inférieures à 1µm, de préférence inférieures à 0,5µm. Ces particules sont constituées essentiellement d'une cire ou d'un mélange de cires. Le point de fusion de la cire ou du métenge de cires est de préférence compris entre 50°C et 100°C. En outre, les particules de la microdispersion peuvent contenir en proportion minoritaire des edditifs gras huiteux ou pâteux, un ou plusieurs tensioactifs et un ou plusieurs ingrédients actifs liposolubles usuels, comme cela sera précisé ci-après.

La composition contient généralement de 0,1 à 40% en poids de cires, en perticulier 5 à 30%, et une quantité suffisante d'eu moins un émulsionnant. La quantité d'émulsionnant est une quentité suffisante pour permettre d'obtenir une microdispersion de cires lelle que définie ci-dessus. Cette quentité suffisante peut être déterminée dans chaque cas par des expériences de routine.

Les cires sont des substances neturelles (animales ou végétales) ou eynthétiques solides à température embiante (20°-25°C). Elles sont insolubles dans l'eeu, solubles dens les huiles et eont capebles de former un film hydrofuge.

Sur la définition des cires, on peut citer par exemple P.D. Dorgan, Drug end Cosmetic Industry, Decembre 1983, pp. 30-33.

La cire ou les cires constituant le mélenge cireux sont choisies notamment, parmi la cire de Carnauba, le cire de Candellia, et le cire d'Alfa, et leurs mélanges.

Outre les cires citées ci-dessus, le mélange de cires peut également contenir une ou plusieurs des cires ou famille de cires suiventes :

- la cire de paraffine
- l'ozokente

55

15

- les cires végétales comme le cire d'olivier, la cire de riz, la cire de jojoba hydrogènée ou les cires ebsolues de fleurs telles que la cire essentielle de fleur de cassis vendue par la Société BERTIN (France);
- les cires enimales comme les cires d'abeilles, ou les cires d'abeilles modifiées (cerebellina) ;
- d'autres cires ou matières premières cireuses : les cires marines telles que celle vendue par le Société

SOPHIM sous la référence M82, les céramides naturels ou de synthèse, ou les cires de polyéthylène. Les cires végétales de Carnauba (extraite de Copernica Cerifera), de Candelilla (extraite de Euphobies Cerifera et de Pedilantus pavonis) et d'Alfa (extraite de Stipa tenacissima), sont des produits commerciaux.

Les céramides sont les principaux lipides constitutifs des espaces intercornéocytaires du Stratum Corneum. Ils sont décrits en particulier par Downing dans Science, 1982, vol.18, p.1261-2. Des anatogues synthétiques sont égelement connus, tels que les céramides HO3 vendus par le Société COSMIND.

Dans le mélange de cires, la cire de Carnauba et/ou de Candellila et/ou d'Alfa représente eu moins 20%, et de préférence au moins 50% en poids par rapport au poids total du mélange de cires.

La cire ou le mélange de cires peut contenir, outre les cires mentionnées ci-dessus, au moins une eutre cire et/ou au moins une huile, étant entendu que le mélange de cires et éventuellement d'huile à un point de fusion finissante supérieur à 50°C.

Le mélange de cires peut donc être essocié à un ou plusieurs additifs gras (huileux ou pâteux). On citera de manière non restrictive ;

- les huiles végétales comme l'huile de tournesol, l'huile de jojoba, etc. ;
- les huiles minérales comme l'huile de paraffine,
- les huiles de silicones fluides de viscosité comprise notemmant entre 0.65 et 100.000 centistakes (soit entre 0,65,10-4 et 10 m².s-1, de préférence entre 5 et 5 000 centistakes (soit entre 5.10-4 et 5.10-1 m².s-1),
- les huiles et cires fluorées,
- la veseline,
- la lanoline.

15

20

30

35

Le mélange d'huile(s) et/ou d'additifs gras pâteux peut représenter jusqu'é 30% (de préférence eu plus 10%) du poids de cires.

Il est possible d'introduire en outre dans la phèse circuse microparticulaire des ingrédients actifs liposolubles.

25 Lorsqu'ils sont présents, le ou les ingrédients liposolubles raprésentent eu maximum 30%, de préférence au maximum 10%, du poids des microparticules.

Comme ingrédient(s) liposoluble(s), on citera par exemple :

- les filtres U.V.
- les vitamines liposolubles,
- les enti-inflemmetoires tels que l'ecide β-glycyrréthlnique
- les extraits végétaux liposolubles.

L'utilisation de tensioactifs comme émulsionnents dans le préparation de microdispersions de cires est connue. La réalisation de le microdispersion peut être effectuée é l'eide de tensioactifs enioniques, cationiques et/ou non-ioniques, de feçon connue.

Le pourcentage de tensio-ectif(s) dans la composition finale est compris généralement entre 0.01 et 25 % environ et en particulier peut varier de 0,1 à 10%.

Le rapport pondéral cire(s)/émulsionnant(s) peut varier par exemple dans la gemme 1 é 30 et notamment de 2 à 10.

Les tensioactifs anioniques utilisés sont notamment les sels d'ecides gras (par exemple sels elcatins ou sels organiques tels qua les sels d'amines) lesdits acides gras ayent par exemple de 12 à 16 atomes de carbone et pouvant comporter une double liaison comme dens le cas de l'acide oléique, les sels alcalins ou sels de bases organiques des acides alkyi-sulfuriques et alkyisulfoniques eyant 12 é 18 etomes da carbone, des ecides alkyi-eryisulfoniques dont la cheîne elkyle contient de 6 é 18 atomes da carbone, la groupement eryie étant par exemple un groupement phényle. Ce sont égelement les éthers-sulfetes, en perticulier les produits de sulfatation des elcools gras et alkylphénols polyalcoxylés dans lesquels le cheîne eliphetique comporte de 6 é 20 etomes de carbone el le cheîne polyalcoxylée de 1 é 30 motifs oxyalkyléne, en particulier oxyéthyléne, oxypropyléne ou oxybutyléne.

Tous ces tensioactifs enloniques sont bien connus el beaucoup d'entre eux sont des produits commerciaux. Les lensio-actifs non ioniques sont principalement des tensio-actifs polyalcoxylés et/ou polyglycérolés. Ce sont notamment les acides gras ou les emides d'acide gras polyalcoxylés et/ou polyglycérolés ; les alcools gras ou les alkylphénols polyalcoxylés et/ou polyglycérolés ; les esters d'acides gras et de polyols polyalcoxylés et/ou polyglycérolés ; les alcanediols ou alcènediols-1,2 ou -1,3 polyalcoxylés et/ou polyglycérolés ; et les alkyléthers d'elcanediols ou alcénadiols-1,2 ou -1,3 polyalcoxylés at/ou polyglycérolés. Per exemple, les acides ou alcools gras, éventuellement insaturés, ont 12 é 24 etomes de carbone, la chaîne elkyle das alkylphénols a 6 é 16 atomes de carbone, les alcanediols ou alcènediols ont de 9 é 24 etomes de carbone, l'alkyle des alkyléthers a de 4 é 20 atomes de carbone, et le nombre de motifs oxyalkyléne ou de motifs (CH₂CHOHCH₂O) peut eller de 2 é 40.

Les dérivés non ioniques polyalcoxylés sont notamment des dérivés polyoxyét hylénés, éventuellement po-

lyoxypropylénés.

20

55

Les acides gras polyalcoxylés sont des produits commerciaux, notamment les produits vendus sous la marque Myri par la Société ATLAS.

Les esters d'acides gras et de polyois polyoxyéthylènés pour les quels le polyol est le sorbitoi sont des produits connus (Polysorbate et produits commercielisés sous la marque Tween par la Société ATLAS). Lorsque le polyol est le glycérol, on peut utiliser les produits commercielisés per le Société GOLDSCHMIDT sous le marque Tagat.

Les elcools gras polyoxyéthylénés sont des produits commerciaux, notamment ceux vendus sous la marque Brij par la Société ATLAS.

Les alcools gras polyglycérolés, les elcanediols ou elcanediols polyglycérolés, ou les alkyléthers d'alcanediols ou d'alcénediols polyglycérolès peuvent être préparès par exemple selon les procédés dècrits dans les brevets français 1.477.048, 2.025.681, 2.091.516 et 2.465.780 ou selon des procédés analogues.

Les acides gras ou emides d'ecides gras polyglycérolès sont notamment dècrits dans la brevet français 1.484.723 ou sont encore des produits commerciaux tels que ceux vendus sous la marque PLUROL (Gattefossé) ou DREWPOL, (Stefan Compeny), ou DECAGLYN (NIKKO CHEMICAL).

D'eutres tensioactifs non-ioniques utilisables sont par exemple :

- les alkylcarbamates de triglycérol de formule générale :

R - NHCOOCH(CH2OCH2CHOHCH2OH)2

dans lequelle R représente un groupe elkyle saturé ou non de 10 è 20 etomes de carbone. Ces composés sont dècrits dans le brevet EP 0420761 ;

 les dérivés oxyéthylénés ou propoxylés des elcools de le lenoline, des ecides gras de le lanoline, ou de leur mélenges.

De tels tensioactifs sont commercialisés par la Société AMERCHOL sous la marque SOLULAN.

Les tensioactifs cationiques sont notamment les dérivés d'ammonium quaternaire tels que l'AROUAD 16-50, l'AROUAD 18-50, l'AROUAD 7-50, l'AROUAD 2C-75, l'ETHOOUAD c/12, et l'ETHOQUAD c/12, commercialisès par la Société Armak Chemicals.

L'emploi des tensioactifs non ioniques est préféré.

Il est également possible de préperer des microdispersions de cires en utilisant des mélanges commerciaux de cires euto-émulsionnables contenant la cire et les tensioactifs.

On peut utiliser par exemple le cire commercialisée sous le dénomination CIRE AUTO LUSTRANTE OFR par le Société TISCCO, qui contient des cires da Carnauba et de peraffine, en essociation avec des agents émulsionnants non ioniques, ou le cire euto-émulsionneble commerciellsée sous le dénomination CERAX A.O. 28/B per LA CERESINE, qui contient de le cire d'Alfa en association evec un émulsionnent non ionique. Ces mélanges commerciaux permettant de préparer des microdispersions de cires par addition d'eeu selon le procédé décrit ci-dessus.

On peut également utiliser des microdispersions de cires prêtes à l'emploi disponibles commercialement comme les produits de le série SL slipaid de la Société DANIEL PRODUCTS COMPANY, ou encore les produits Aquacer de la société CERACHEMIE.

Les microdispersions de cires sont diluablas à l'eau sans nuire è la stabilité de la microdispersion. Elles peuvent donc se présenter sous la forme de compositions concentrées dont on peut ajuster la proportion das ingrédients à une valeur désirée par simple eddition d'eeu.

Les polymères filmogénes utilisables dans la composition de l'invention peuvent être des polymères anioniques, cationiques, non-ioniques ou emphotères.

Ces polyméres filmogénes, de même que leur utilisation dans des compositions de maquillege pour les yeux, sont connus.

On décrit plus en détail ci-eprès è titre illustratif certains polymères filmogènes utilisables dans les compositions selon l'invention. On peut utiliser des polymères synthétiques ou des polymères d'origine neturelle, modifiés chimiquement ou non modifiés. On peut citer notamment les polymères cationiques qui sont des polymères du type polyamine, polyaminopolyamide ou polyammonium queternaire dans lesquels le groupement amine ou emmonium fait partie de le chaîne polymère ou est reliè à celle-ci ; ils ont un poids moléculaire généralement compris entre 500 et 3 000 000.

Comme polymères filmogènes cationiques utilisables, on peut citer par exemple :

1) les copolymères vinyl-pyrrolidone/acrylate ou mèthacrylate de dialkylaminoalkyla (quaternisés ou non), tels que ceux vendus sous les dénominations "Gafquat" par le Société GAF CORP., comme par exemple le "copolymère 845 " le "Gafquat 734 ou 735" décrits plus en détail dans les brevets FR 2 393 573 et FR 2 077 141.

2) les dérivés d'éthers da cellulose comportant des groupements emmonium quaternaires tels que ceux décrits dans le brevet FR 1 492 597 et notamment les polymères vendus sous les dénominations "JR" tels que "JR 125", "JR 400", "JR 30 M" et "LR", tels que "LR 400" et "LR 30 M" par la Société UNION CARBIDE CORP., les dérivés de cellulose cationiques tels que les "CELOUAT L 200" et "CELOUAT H 100", qui sont vendus par la Société NATIONAL STARCH ou ceux vendus par la Société AKZO sous le dénomination "LEOGARD GP".

- 3) les polysaccharides cationiques décrits dans les brevets US 3589978 et US 4031307 et en perticulier le "Jaquer C13S"vendu par le Société MEYHALL.
 - 4) les polymères calioniques contenant des motifs alternés de formule :

10

15

20

25

35

45

- A - Z -

dans laquelle A désigne un radical comportant deux fonctions emines et les groupements Z désignent au moins un radical bivalent, tels que les polyméres décrits dans les brevets FR 2162025 et FR2280361.

5) les cyclopolymères tels que les homo- et copolymères de chlorure de diméthyl diallylammonium vendue sous la dénomination "Merquat" par la Société MERCK.

Ces polymères sont décrits dans les brevets FR 2080759 et FR 2190406

6) les copolymères vinylimidazolium-vinylpyrrolidone quaternisés tels que ceux vendus sous le dénominations LUVIOUAT FC ou HM par la Société BASF.

Les polymères filmogènes enioniques sont des polymères comportant des groupes enioniques, en particulier carboxyliques et/ou sulfoniques.

Les polymères enioniques préfèrés utilisés dens les compositions de l'invention sont choisis notamment parmi:

1) les homo- ou copolymères d'acides ecrylique ou méthecrylique ou leurs sels et leurs esters et en particulier les produits vendus sous les dénominations: "VERSICOL F" ou "VERSICOL K" par la Société AL-LIED COLLOIO, "UTRAHOLD 8" par le Société CIBA-GEIGY, les copolymères d'ecide ecrylique et d'ecrylamide vendus sous le forme de leur sel de sodium sous les dénomination "Reten" par le Société HER-CULES, le polyméthacrylate de sodium vendu sous la dénomination "Darvan n°7" par le société VANDER-BILT, les sels de sodium d'ecides polyhydroxycarboxyliques vendus sous le dénomination "HYDAGEN F" par la Société HENKEL.

2) les copolyméres dérivés d'ecide crotonique et leurs esters tals que ceux décrits per exemple dens les brevets FR 1222944, FR 1580545, FR 2265781, FR 2265782, FR 1564110 et FR 2439798.

3) les polymères ou copolymères dérivés d'acides ou d'enhydrides maléique, fumarique ou itaconique avec des dérivés vinyliques ou phénylvinyliques ou ecryliques, ces polymères pouvent être estérifiés.

De tels polyméres sont décrits en perticulier dans les brevets US 2047398, US.2723248, FR 2102113 et GB 839805.

Parmi ces polymères, on peut citer les polymères vendus sous les dénominations "GANTREZ" par la Société GAF CORPORATION ou "Ema" per la Société MONSANTO. Des polymères entrant également dans cette classe sont les copolymères d'anhydrides maléique, citraconique ou itaconique et d'un ester allylique ou méthallylique comportant éventuellement un groupement ecrylamide ou méthacrylamide dans leur chaîne, monoestérifiés ou monoamidifiés, décrits dans les brevets FR 2350834 et FR 2357241.

4) les polymères à groupements sulfonique utilisables conformèment à l'invention sont choisis notamment parmi :

- les sels de l'ecide polystyrène suffonique tels que ceux décrits notamment dans le brevet FR 2198719 ·
- · les sels de polyecrylamide sulfonique, tels que ceux mentionnés dans le brevet US 4128631;
- les sels de polyesters tels que ceux vendus sous la dénominetion "POLYMER EASTMAN AQ" par le Société KOOAK;
- les kératines sulfoniques telles que celles décrites dens le brevet FR 2 529 214.

Les polymères filmogénes emphotéres utilisebles dans les compositions de l'invention sont notamment des polymères comportant des motifs M et M' répartis stalistiquement dens la chaîne polymère, où M désigne eu moins un motif dérivant d'un monomère comportant au moins un etome d'azole basique et M'désigne eu moins un motif dérivant d'un monomère acide comportant un ou plusieurs groupements carboxyliques ou sulfoniques, ou bien M et M' peuvent désigner des groupements dérivant de monomères zwitérioniques de carboxybétaîne. M et M' peuvent également désigner une chaîne de polymère cationique comportant des groupements amine secondaire, tertiaire ou quaternaire, dans laquelle au mons l'un des groupements un groupement carboxylique ou suifonique relié par l'intermédiaire d'un chaînon hydrocarboné, ou bien M et M' font partie d'une chaîne d'un polymère à motif éthyléne alpha-, béta-dicarboxylique dont l'un des groupements carboxyliques a réagi avec une polyamine comportant un ou plusieurs groupement amine primaire ou secondaire.

On peut citer par exemple :

1) les polymères ou copolymères comportant des motifs dérivant :

- a) d'au moins un monomère choisi parmi les acrylamides ou les méthacrylamides, substitués à l'azore par un radical alkyle,
- b) d'au moins un monomère acide contenant un ou plusieurs groupements carboxyliques réactifs, et
 c) d'au moins un comonomère basique tels que les esters à substituant amine primaire, secondaire, tertiaire ou queternaire des acides acrylique et méthacrylique et les produits de quaternisation de méthacrylate de dimèthyleminoéthyle avec le sulfate de diméthyle ou de diéthyle;
- Comme composés représentatif de cette classe on peut citer l'AMPHOMER* vendu par la société NA-TIONAL STARCH.
- les polymères dèrivés du chitosane tels que dècrits par exemple dans le brevet FR 2137684 ou dans le brevet US 3879376;
- 3) les copolymères de diallyl dialkyl (C1-C4) ammonium/acide acrylique comme le produit vendu sous la dénomination "MEROUAT 280" par le Société MERCK qui est un copolymère de chlorure de diallyl diméthyl ammonium/acide acrylique.
- Les polymères filmogènes non ioniques utilisables dans les compositions de l'invention sont notamment :
- 1) les homo- et/ou copolymères de vinylpyrrolidone tels que le copolymère polyvinylpyrrolidone/acétate de vinyle vendu sous la dénomination "PVP/PVA S-630" par la Société GAF, ou la dénomination "LUVISKOL" par la Société BASF;
- 2) les homopolymères ou copolymères vinytique non ioniques tels que l'alcool polyvinytique vendu sous la dénomination "MOWIOL 4088" par la Société HOECHST
- 3) les poly-β-alanines décrites plus particulièrament dans la demande de brevet BE-20851;
- 4) les dérivés d'acide polyaspertique tets que ceux décrits dans le brevet FR.2403076;
- 5) ou encore les polyglycols tels que les polyéthylèneglycols ;

5

10

15

20

25

50

55

On peut citer aussi la famille des polyuréthanes en solution ou dispersion anionique, cationique ou non ionique, ainsi que la famille des protéines quaternisées ou non, parmi lesquelles les dérivés de kératine (tels que te "KERASOL" vendu par la Société CRODA).

Parmi les polymères filmogénes utilisables dans les compositions de l'invention, on peut citer aussi les polymères cellulosiques et saccharidiques comme 'l'hydroxyméthylcellulose, la carboxyméthylcellulose, l'hydroxyptylcellulose, l'hydroxyptylcellulose, et plus particulièrement l'hydroxyéthylcellulose, an particulière les produits vendus sous la dénomination "NATROSOL" par la Société HERCULES ou "CELLOZISE" par la Société UNION CARBIDE, la méthylhydroxypropyl cellulose, en particulièr les produits vendus sous la dénomination "METHOCEL" par la Société DOW CHEMICAL ou des hétérobiopolysaccharides tels que par exemple les gommes de xanthane commercialisées sous les marques "KELTROL" et "KELZAN" par la Société KELCO, "RHODOPOL" et "RHODIGEL" par la Société RHONE POULENC, ou "ACTIGUM" par la Société CECA/SATIA, les gommes arabiques, la gomme de guar, la gomme de Karaya, les alginates et carraghenates, l'acide hyaluronique et ses dérivés.

Les polyméres filmogènes sont choisis de préfèrence parmi l'hydroxyéthyl cellulose, la gomme arabique, la polyvinyl pyrrolidone, les dérivés de cellulose cationiques, le polyméthacrylate de sodium et les hydrolysats de kératine.

Les polymères filmogénes sont présent dans la composition généralement à raison de 0.1 % à 25 % en poids et de préfèrence da 0.2 à 15 %.

La composition peut contenir un ou plusieurs polymères en solution dans la phase aqueuse de la préparation.

La composition selon l'invention contient au moins un pigment dans une proportion pouvant aller notamment jusqu'à 20% et de préférence entre 0.1 et 20% en poids par rapport au poids total de la composition, suivant le coloration et l'intensité de coloration que l'on cherche à obtenir. L'utilisation de pigments dans de telles compositions est connue en soi. La notion de pigment englobe des charges perticulaires non colorées.

Les pigments utilisables sont choisis notamment permi les pigments minéraux, les pigments organiques, les pigments nacrés.

Parmi les pigments minéraux, on peut citer, à titre d'exemples :

- le dioxyde de titane (rutile ou anatase), èventuellement traité en surface et codifié dans le Color Index sous la référence CI 77891;
- les oxydes de fer noir, jaune, rouge et brun, codifiés sous les références CI 77499, 77492, 77491;
- le violet de manganése (Cl 77742);
- le bleu outremer (CI 77007);
- l'oxyde de chrome (Cl 77288);
 - l'hydrate de chrome (Cl 77289); et
 - le bleu ferrique (CI 77510).

Parmi les pigments organiques, on peut citer en particulier les pigments certifiés aux Etats-Unis d'Amé-

rique par la FDOD & DRUG ADMINISTRATION sous les dénominations :

```
nº 19 (CI 45170);
        - D & C red
        - D& Cred
                         nº 9 (CI 15585);
        - D& Cred
                         nº 30 (CI 73360);
                          nº 3 (CI 45430);
        - D&Cred
                         nº 21 (CI 45380);
        - D & C red
                          nº 27 (CI 45410);
        - D & C red
                          nº 13 (CI 15630);
         - D&Cred
        - D & C red
                          nº 7 (CI 15850-1);
                          nº 6 (CI 15850-2);
10
         - D&Cred
         - D&C red
                          n° 36 (CI 12085);
         - D&C orange
                             nº 10 (CI 45425);
         - D & C orange
                             nº 4 (CI 15510);
                             n° 5 (CI 45370);
         - D&C orange
         - D & C yellow
                            nº 6 (CI 15985);
15
                            nº 5 (Cl 19140);
         - D&C yellow
```

ainsi que :

20

25

30

- le noir de cerbane (CI 77266); et
- la mélanine naturelle ou de synthèse ;
- les lagues à base de carmin de cochenille (CI 75470); Les pigments nacrés peuvent être choisis notamment parmi :
 - les pigments nacrés blancs, tels que le mica recouvert d'oxyde de titane, l'oxychlorure de bismuth; et le nitrure de bore :
 - les pigments nacrés colorés, tels que le mica titane avec des oxydes de fer, le mica titane avec du bleu ferrique, ou de l'oxyde de chrome, le mica titane avec un pigment organique du type précité, ainsi que ceux à base d'oxychlorure de bismuth;
 - les pigments enrobés tels que ceux obtenus à partir des pigments mentionnés ci-dessus et dont la surface a été traitée par diverses substances comme, par exemple, des acides eminés, des silicones, des sels métalliques ou du collagéne.

En outre, la composition selon l'invention peut éventuellement contenir une ou plusieurs charges particulaires usuelles utilisées dans ce type de composition telles que : le talc qui est un silicate de megnésium hydraté, utilisé sous la forme de particules généralement de dimensions inférieures à 40 micrométres ; les micas, qui sont des eluminosilicates de compositions variées se présentant sous la forme d'écailles ayant généralement des dimensions de 2 à 200 micromètres, de préférence de 5 à 70 micromètres, et une épaisseur de 0.1 à 5 micrométres, de préférence de 0.2 à 3 micrométres. Ces micas peuvent être d'origine naturelle (par exemple muscovite, margante, roscoelithe, lipidolithe, biotite) ou d'origine synthétique; l'amidon, en particulier l'emidon de riz; le kaolin, qui est un silicate d'aluminium hydraté et qui se présente sous la forme de particules de forme isotrope ayant des dimensions généralement inférieures à 30 micromètres ; les oxydee de zinc et de titane, généralement utilisés sous la forme de particules ayant des dimensions ne dépassant pas quelques micromètres ; le carbonate de calcium, le carbonate ou l'hydrocarbonate de magnésium ; la cellulose microcristalline ; les poudres de polyméres synthétiques, tels que le polyéthyléne, les polyesters (par exemple l'isophtalate ou le téréphtalate de polyéthyléne), les polyamides (par exemple les poudres de nylon), les "téfions " et les poudres de silicone.

De façon générale, les cherges colorées ou non colorées, peuvent être enrobées par des substences telles que des acides aminés, des silicones, des savons métalliques ou du collegêne, ou avoir subi tout autre treitement permettant de modifier l'état de surfece.

Les compositions cosmétiques selon l'invention peuvent eussi contenir un ou plusieurs adjuvants usuels tels que des egents épaississants, des parfums, des agents conservateurs, des agents alcalinisants ou acidifiants, des agents de textures, des additifs d'étalement, des plastifients ainsi que des ingrédients actifs hydrosolubles utilisés habituellement dans les préparations pour les cils.

Dans les compositions de l'invention, les polyméres filmogènes peuvent exercer un effet épaississant. Pour ajuster, le cas échéant, la viscosité désirée pour la composition, on peut ajouter des agents épaississants

L'agent ou les agents épaississants edditionnels, lorsqu'ils sont présents, ont pour effet de stabiliser la . dispersion des pigments et d'éviter ainsi la décantation de ces pigments, et donnnent à la composition finale la consistence nécessaire favorisant l'obtention d'un gainage evec épaississement du cil.

L'épaississement des formulations peut être eussi apporté par le polymère filmogène ou par l'association du polymère filmogène et d'un agent de texture choisi par exemple parmi les silices colloïdales, les bentones ou le distéarate de polyéthyléne glycol comportant 150 motifs d'oxyde d'éthyléne.

On peut utiliser d'autres agents épaississants connus qui peuvent être choisis par exemple parmi les acides polyacryliques réticulés par un agent polyfonctionnel tels que les produits vendus sous la dénomination CARBOPOL par la Société GOODRICH, comme les Carbopols 910, 934, 934P, 940, 941, 980, 1342, les argiles naturelles ou modifiées comme les Laponites de la Société LAPORTE ou Veegum de le Société VANDERBILT ou les polyuréthanes.

Avec ou sans épaississants additionnels, la viscosité des préparations selon l'invention est comprise entre 2,5 et 35 Pa.s et de préférence entre 3,5 à 25 Pa.s à 25°C environ, par exemple lorsqu'elle est mesurée au viscosimètre de Contraves (temps de rotation 10min à 200t/min)

Les edditifs d'étalement peuvent être des dérivés fluorès comme ceux vendus par la Société 3M sous le nom "Fluorad", ou des tensioactifs dimàthicone copolyol à HLB àlevé disponible chez DOW CORNING, GOLDSCHMIDT, etc.

Comme plastifiants on pourra citer, par exemple, las PEG (polyàthylèneglycols) de faibla masse moléculaira, la glycénne, le panthànol.

Les compositions selon l'invention sont obtenues par formation à chaud d'une microémulsion. Plus précisément, ces compositions sont obtenues par un prodédé principalement caractérisé par le fait que l'on chauffe la cire et l'émulsionnant à une température supérieure à la température da fusion de le cire et non supérieure à 100°C, éventuellement en présence d'une partie de l'eau, jusqu'à fusion compléte de la cire, que l'on ajoute progressivement l'eau, ou le restant de l'eau, portéa à una température au moins égale à ladite tempàrature, en agitant, jusqu'à formation d'une microémulsion da cire dans une phese continue equeuse, puis que l'on laisse refroidir jusqu'à le température ambiante. On obtient une microdispersion stable de cire.

On opére avec une agitation et une quantità de tensio-actif suffisantes pour que les dimensions des microparticules de cire scient inférieures à 1 000nm, et de préférence à 500nm.

Les ingrédients liposolubles, par exemple des céramides, sont généralement ajoutés à la cire avant la réalisation de la microdispersion.

Les ingrédiants hydrosolubles peuvent être ajoutés dans l'eau utilisée pour réalisar la microdispersion, ou dans la microdispersion de cira finalament obtanue.

De même, les ingrédients secondaires àventuellement présents dans la composition sont ejoutés selon las cas soit dans les produits de dàpart, soit dans la composition terminàe.

Les compositions de l'invantion sont appliquées soit sur les cils, soit sur le bord des paupières, de feçon comme, à l'aide d'une brosse ou d'un pinceau.

L'invention e également pour objet l'utilisation d'une microdispersion aqueuse de cire, en essocietion avec au moins un polymère fitmogéne hydrosoluble et des pigments, dans la préparation d'une composition pour le maquillage des yeux.

La composition obtanue peut présanter les autres caractéristiques qui ont été décrites ci-dessus.

L'invention a également pour objet un procédé de maquillage des yeux, caractérisé par le fait qua l'on applique sur les cils ou sur le bord des paupières une composition telle que définie précédemment.

Les exemples suivants illustrent l'invention.

EXEMPLE DE PREPARATION DE MICRODISPERSIONS DE CIRES

EXEMPLES A et 8

15

30

45

50

55

В Α .Cire de Carnauba 40,00 30,09 Monostéarate de glycérol polyoxyéthyléné (300E) vendu sous la dénomination "TA-10,0g 7,5g GAT S" par la Société GOLDSCHMIDT .Parahydroxybenzoate de méthyle 0,29 0,29 .Eau q.s.p. 100,0g 100,0g

On porte à 90°C (en général 10°C au-dessus du point da fusion de la cira ou du mélange de ciras et corps gras) le mélange des cire(s), conservateurs, tensioactif(s), en homogénéisant sous agitation modérée.

En continuant d'agiter, on incorpore l'eau portée à 90°C.

La microémulsion obtanue est ramenée à températura ambiante et forme une microdispersion de grains

à base de cire(s).

Diamètre moyen des particules de cire: A = 184nm B = 155nm

EXEMPLE C

5

10

.Cire de Carnauba		30,0g
	t mélange d'alcools gras polyoxyéthylénés (25 DE) vendu sous la dénomi- 5° par la Société AMERCHOL	7,5g
.Perahydroxybenzoa	ate de méthyl	0, 2 g
.Eeu q.s.p.		100.0g

La microdispersion est obtenue en procédent comme décrit dans les exemples A et B. Diemètre moyen des particules de cire: 99nm

"x OE" signifie : oxyéthyléné à x moles d'oxyde d'éthyléne.

EXEMPLE D:

20	.Cire de Carnauba	22,5 g
25	.Cire de paraffine	7,5 g
	.Cire d'ebeilles	10,4 g
	.Perehydroxybenzoate de méthyle	0,2 g
	.Monostéerate de glycérol polyoxyéthyléné (30 OE) vendu sous la dénomination "TAGAT S" par la Société GOLDSCHMIDT	7,5 g
30	.Eau q.s.p.	100,0 g

Le microdispersion est obtenue en procédant comme décrit dans les exemples A et B. Dimension moyenne des particules de cire: 202nm

35 EXEMPLE E

50

55

	.Cire de carnauba	22,5 g
	.1-(2'-F-hexyléthylthio)-3-(2"-éthylhexyloxy)	_
40	propane-2-ol	7,5 g
	.Tagat S	7,5 g
45	.Parahydroxybenzoate de méthyle	0,2 g
	.Eau q.s.p.	100⋅g

La microdispersion est obtenue en procédant comme décrit dens les exemples A et B. Diamètre moyen des particules de cire: 230 nm.

L'huile fluorée 1-(2'-F-hexyléthylthio) 3-(2"-éthylhexyloxy)-2-propane-2-ol est préparée de le feçon suivante :

A la température de 25°C, sous agitation et sous courant d'azote, on ejoute à 152 g de 2-F-hexyléthanethiol, 3,6 g d'une solution méthanolique de méthylate de sodium (environ 30 % - 5,54 meg g-1) en une minute.

Le melenge est chauffé à 70°C. On évapore sous vide le méthanol présent dans le milieu.

Du 2-éthylhexylglycidyléther (74,4 g) est ensuite ajouté goutte-à-goutte en une heure. On maintient la température du mélange entre 60 et 70 °C au cours de l'addition de l'époxyde.

A la fin de l'addition, la température est amenée à 25°C.

Le mélange est neutralisé à l'aide de 20 ml de HCl 1N.

Le 1-(2'-F-hexyléthylthio)3-(2"-éthylhexyloxy)2-propanol est séparé par distillation : Eb = 141°C/66,5 Pa. On obtient 175 g (77 %) d'une huile translucide incolore.

EXEMPLE F

.Cire de Carnauba 18 g
.1-(2-F-octyléthylthio)2-hexanol 12 g
.Tegat S 7,5 g
.Parahydroxybenzoete de méthyle 0,2 g
.Eau q.s.p. 100 g

15

20

10

La microdispersion est obtenue en procédant comme décrit dans les exemples A et B.

Diamétre moyen des particules de cires: 195 nm.

La cire fluorée 1-(2'-F-octyléthylthio)2-hexenol est préparée de la façon suivante :

Selon un mode opératoire enalogue à celui décrit à l'exemple E, on condense, en 1 heure, 30 g (0,3 mole) de 1,2-époxyhexane evec 144 g (0,3 mole) de 2-F-octyléthanethiol en présence de 2,7 g de solution méthanolique de méthylate de sodium (5,65 meg g⁻¹).

En fin de réaction, le mélange est neutralisé par 15 ml de HCl 1N.

Aprés distillation (154°C/133Pa), on obtient 115 g d'un solide blanc emorphe qui est le 1-(2'-F-octyléthyl-25 thio)2-hexenol.

Rendement = 67 %. .

Point de fusion = 45°C.

EXEMPLES DE COMPOSITION DE MAQUILLAGE POUR LES YEUX

30

On a préparé des compositions de maquillage pour les yeux en métangeant eux microdispersions ci-dessus les ingrédients indiqués: Les teneurs sont exprimées en gramme.

EXEMPLE 1

35

	.Microdispersion de cires selon l'exemple A	93,75
	.Oxyde de fer noir	6,00
40	.Hydroxyéthyl cellulose vendue sous la dénomination *CELLOSIZE QP 4400 H* per le Société AMERCHOL	0,25

EXEMPLE 2

45

.Microdispersion de cire selon l'exemple A	89,7
Oxyde de fer noir	6,0
. Hydroxyéthylcellulose vendue sous la dénomination *CELLOSIZE QP 4400 H* par la société . AMERCHOL	1,0
.Gomme erabique	1,0
.Eau	2.3

EXEMPLES 3, 4 et 5

		3	4	5
5	.Microdispersion de cire selon l'exemple A	50,0	89.0	87,7
	.Polyvinyl pyrrolidona vandue sous la dénomination "LUVISKOL K90 POWDER" par la Société BASF	6,0	4,0	6,0
	.Oxyde da fer noir	6,0	6,0	6,0
10	.Gomme arabique	•	1,0	•
	.Eau	38,0	•	•
15	.Tensioactif fluoré vendu sous la dénomination "FLUORAD FC 143" par la Société 3M		•	0,3
	Brillance de la composition	77	60	77

EXEMPLES 6 at 7

		6	7
	.Cire de Carnauba	15,8	23,7
25	.Cire de paraffine	1,7	2,6
	.Monostéarata da glycérol polyoxyéthyléné (30 OE) vandu sous la dénomination *TA-GAT S* par la Sosiété GOLDSCHMIDT	4,4	6,6
30	.Polyvinyl pyrrolidone vendue sous la dénomination "LUVISKOL K90 POWDER" par la société BASF	6,0	6,0
	.Oxyde de fer noir	6,0	6,0
	.Parahydroxybenzoata de méthyla	0,1	0,1
35	.Eau q.s.p.	100,0	100,0

EXEMPLE 8

40	.Microdisparsion da cire da carnauba vandua sous la dénomination "AQUACER 608" par la Société CERACHEMIE	93,0
	.Oxyda da fer noir	6,0
45	. Hydroxyéthyl cellulose	1,0
	Brillance da la composition : 24	

EXEMPLE 9

50	- ·	
	.Microdisparsion da cires selon l'axampla C	88,0
	.Oxyde da fer noir	6,0
	.Gomme arabique	2,0
5S	.Polyvinyl pyrrolidone	4,0

EXEMPLE 10

	.Microdispersion de cires selon l'exemple A	74,0	
i	.Gomme arabique	1,0	ĺ
	.Silice colloidate vendue sous la dénomination "COK 84" par la Société DEGUSSA	4,0	
	.Glycérine	15,0	
	.Oxyde de fer noir	6,0	

EXEMPLES 11 à 14

15					
		11	12	13	14
	Acide stéarique			8	
	.Cire d'abeilles			6	
20	PHASE .Stéarate de glycérol	1,9			
	1 .Tagat S	5,15			
	.Cire de Carnauba	28,4		5	
25	.Paraffine			6	
	Microdispersion de cire				
	(selon l'exemple B)		91,46		85,5
30					
	.Panthénol			1,5	5.0
	.Gomme arabique	3,0	3,0	6,0	3,0
	.Hydroxyéthylcellulose	0,5	0,5	1,0	0,5
35	.PVP *	1,0	1,0		1,0
	PHASE Leogard GP	2,0	2,0		
	II Oxydc de titane	2,0	2,0		
40	.Oxyde de fer noir			5,0	5,0
	.NaOH	0,04	0,04		
	.Triéthanolamine			4,2	
	.Agent conservateur	qs	qs	qs	qs
45	.Eau q.s.p.	100,0	•	•	100,0

^{*} LUVISKOL K 90 Powder

50

Les préparations 12 et 14 sont réalisées selon le mode opératoire décrit ci-dessus pour l'exemple 1. Les préparations 11 et 13 sont réalisées en mélangeant la phase I portée à 85°C. La phase II est préparée en portant l'eau à 85°C et en y ajoutant les polymères. L'émulsion est réalisée en ajoutant la phase II à la phase II à une température de 82°C. Puis l'oxyde de titane ou l'oxyde de fer est ajouté. La température est diminuée progressivement tout en conservant une agitation vigoureuse de la pâte.

COMPARAISON DES EXEMPLES 11 ET 12

La préparation 12 appliquée sur les cils présente un aspect nettement plus lisse et plus brillant que la composition 11.

Les préparations 11 et 12 sont déposées sur une plaque de verre à l'eide d'un applicateur de laçon é leire un dépôt homogène. Une fois secs, les films ainsi réelisés ont une épeisseur d'environ 100 µm. Celle-ci correspond à l'épaisseur déposée en moyenne sur les cils lors du maquillege.

Le l'ilm de mascara 12 est très nettement plus brillant et plus lisse que le film du mascara 11.

L'état de surface a été étudié avec un profilomètre é laser. Cette étude a confirmé l'espect très nettement plus lisse du film 12.

COMPARAISON DES EXEMPLES 13 ET 14

Des cis ont été maquillés avec les formules des exemples 13 et 14 puis des photos en microscopie élec-15 tronique des cis ont été réalisées.

Le composition 13 (taille des grains de cire > 1 000nm) représente l'état de la technique tandis que la composition 14 représente une composition de cires microdispersées salon l'invantion.

L'observetion visuelle des résultats du mequillage a montré que le mascara 14 appliqué sur les cils présente un espect bien plus lisse et régulier que le mescara 13.

Les photos en microscopie électronique ont confirmé ces observations.

MODE OPERATOIRE DE FABRICATION DES COMPOSITIONS DES EXEMPLES 1 à 14, 21 et 22

Mode operatoire I (Compositions 1 à 5, 8 et 9)

25

20

On opèra par daution de le microdispersion de cires de départ (2 étapes).

A température ambiante, le ou les polyméres sont incorpores dans la microdispersion de cires sous agitation avec la quantité d'eau nécessaire (éventuellement) jusqu'é obtention d'une préparation homogène. Ensuite, on disperse les pigmants.

La formulation obtanue peut être broyée.

La composition 5 est obtenue par addition des tensioactifs fluorés suivie de broyage.

Mode opératoire II (Compositions 6 et 7)

La preparation de la composition de maquillage s'effectue en une étape à cheud.

Cires, tensioactifs et conservateurs sont fondus et mélangés ensemble à 90°C.

Les pigments sont dispersés dens le phase lipophile vers 90°C.

Le polymèra est dissous dans l'eau à froid. La phase aqueuse est alors chauffée é 90°C et versée dans la phase liphophile sous agitation, tout en maintenant la température vers 90°C jusqu'é homogénéité. Puis la composition est refroidie et éventuellement passée eu broyeur.

Mode opératoire III (Composition 10)

A froid, les pigments et le ellice sont dispersés dans le microdispersion de cires.

Le polymèra et le(s) additif(s) hydrophlle(s) sont ejoutés sous agitation douca, jusqu'é obtention d'une préperetion homogéne. La préparation peut être ensuite broyée.

Mesure de la brillance

La préparation est étalée (100 é 300µm d'épaisseur) sur une plaque de verre. Après 24 heures de séchage, la brillance est mesurée evec un brillancemètre Microgloss (8YK) sous un engle de 85°.

	EXEMPLES Nº 15 à 20						
		15	16	17	18	19	20
5	Microdispersion de cires selon					_	
	l'exemple B	88.4	89.5	90.3	87,5	85,5	
	l'exempla O						86,2
10	Huila da germa da blé	1					
,,	Huile de silicone (POMS)			1	0,5		
	Huile de paraffine					1,5	
	PVP	2	1		2,5		1
15	Luviquat FC905 (BASF)					3	
	Laogard GP (AKZO)		1	0.2	3		
	Oarvan 7 (VANOERBILT)			2			
20	Gomma arabiqua	1,5	3				5
	Hydroxyéthylcellulosa		0,5	1,5			0.8
	Kérasol (CROOA)					1.5	
25	Carbopol 1342 (GOOORICHR)	0,6	-				
	Noir de carbona			3			
	Oxyda de far noir	6	5		1	1	5
30	Oxyda da fer brun				4		
	Bleu d'outremer		1			4	1
	Talc				1		
	Orgasol 2002 Natcos (ATO)			2			
35	α-Bisatiolol				0,5		
	Panthénol			1		5	1
	Triéthanolamina	0.5					
40	Conservateurs	qs	qs	qs	qs	qs	qs

La mode opératoire est celui de l'exempla 1. Touta las compositions da cas axamples ont une viscosité comprise entre 4 et 25 Pa.s.

Toutes ces préparations appliquées sur les cils donnent un effet épaississant tout en leur conférant un aspect lisse et régulier très marquant. Oe plus, las exemples 16, 18 et 20 correspondant é des mascaras de brillance très élevée.

L'huila de silicona POMS est cella vendue sous la dénomination OOW CORNING 200 Fluid par la Société DOW CORNING.

PVP: Polyvinyl pyrrolidona vendua sous la dénomination LUVISKOL K90 POWOER par la Société BASF. LUVIQUAT FC 905 : copolymère de chlorura da méthyl vinylimidazolium at da vinyl pyrrolidona (95/5), solution à 40 % da matièra active dans l'eau vendue par la Société BASF.

LEOGARO GP: Hydroxyéthyl cellulose réticulée à l'épichlor hydrine al quaternisée par la triméthylamina, vandua par la Société AKZO

OARVAN 7 : Polyméthacrylata da sodium, solution à 25% da matiéra activa dana l'aau vandua par la Société VANOERBILT.

KERASOL: Hydrolysat da kératine stabilisé, vendu par la Société CROOA.

CARBOPOL 1342 : Polymére réticulé acrylate/C₁₀C 30 alkyl acrylate vandu par la société GOODRICH.

ORGASOL 2002 NATCOS; Nylon 12 (nom CTFA), poudre vendue par la Société ATO.

EXEMPLE 21

5	.Microdispersion de l'exemple E	90 g
	.Hydroxyéthylcellulose	1 g
	.Gomme arabique	1,5 g
10	Alcool polyvinylique vendu sous la dénomination "RHODOVIOL 4/125" par le Société RHO- NE POULENC	0,5 g
	.Oxyde de fer noir	5.0 g
15	.Bleu Outremer	2,0 g
	.Conserveteurs qs	

EXEMPLE 22

Cette composition est enalogue é celle de l'exemple 21, mais en utilisant la microdispersion de l'exemple F à la place de celle de l'exemple E.

Revendications

30

- Composition pour le mequillege des yeux, ceractérisée par le feit qu'elle comprand une dispersion equeuse de particules de cire, eu moins un polymère filmogène hydrosoluble et des pigments, et que ledite dispersion est une microdispersion equeuse d'eu moins une cire.
- Composition selon le revendication 1, caractérisée par le feit que ledite composition e une viscosité de 2,5 Pe.s à 35Pa.s, et en particulier comprise entre 3,5 et 25 Pe.s, à 25°C.
- Composition selon la revendication 1 ou 2, caractérisée par le fait que les particules de cire ont des dimensions inférieures é 1 000nm.
 - Composition selon la revendication précédente, caractérisée par le fait que les dites dimensions sont inférieures à 500nm.
- Composition selon l'une quelconque des revendications 1 é 4, caractérisée par le fait qu'elle contient de 0,1 à 40% en poids, et en particulier de 5 é 30% de perticules de cire.
 - 6. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée par le feit que la cire ou le mélange de cire a un point de fusion compris entre 50 et 100°C.
- 7. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractèrisée par le fait que la cira ou le mélange de cires contient eu moins une cire végétale choisie parmi la cire de Carnauba, le cira de Candellile et la cire d'Alfa.
- 8. Composition selon la revendication précédente, caractérisée par le fait que la cira ou le mélenge de cires contient eu moins 20% en poids el en particulier eu moins 50% en poids de ladite cire végétale, par rapport eu poids total de cire.
 - 9. Composition selon l'une quelconque des revendications 7 et 8, caractérisée par le feit que le cire ou le mélange de cires contient eu moins une eutre cire et/ou eu moins une huile, étant entendu que le mélange de ciras et éventuellement d'huile a un point de fusion finissante supérieur à 50°C.
 - 10. Composition selon la revendication précédente, caractérisée par le fait que les dites eutres huiles ou cires représentent eu plus 30%, et en particulier au plus 10% en poids par rapport eu poids de cires.

- 11. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée par le fait que la microdispersion de cire contient au moins un ingrédient actif liposoluble représentant au maximum 30% et en particulier au maximum 10% du poids des cires.
- 5 12. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, carectérisée par le feit qu'elle contient au moins un tensioactif, dans une proportion comprise entre 0,01 et 25%, en particulier entre 0,1 et 10% en poids, par rapport au poids total de la composition.
- 13. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée par le fait qu'elle contient de 0.1 à 25%, et en particulier de 0.2 é 15% en poids dudit polymère filmogène.
 - 14. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, carctérisée par le fait qu'elle contient eu moins un agent épeississant et/ou un agent de texture en quantité suffisante pour ejuster la viscosité à le veleur désirée.
- 15. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée par le feit que le polymére filmogéne est choisi parmi l'hydroxyéthyl cellulose, le gomme erabique, le polyvinylpyrrolidone, les dérivés de cellulose cationiques, le polyméthecrylete de sodium, et les hydrolysats de kératine.
- 16. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée par le feit qu'elle
 contient de 0.1 à 20% en poids d'eu moins un pigment et/ou une charge particulaire.
 - 17. Utilisation d'une microdispersion equeuse de cire en association evec eu moins un polymère filmogène hydrosoluble et des pigments, dans la préparation d'une composition pour le mequillage des yeux.
- 18. Utilisation selon la revendication précédente, caractérisée par le fait que ledite composition est telle que définie dans l'une quelconque des revendications 2 é 16.
 - 19. Procédé de maquillege des yeux, caractérisé par le fait que l'on applique sur les cils et/ou sur le bord des peupières, une composition telle que définie dens l'une quelconque des revendications 1 à 16.

30

35

...

50



RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

EP 93 40 0409

NCE OF	Citation du document avec des parties pe	indication, es cus de bessis, rtinestes	Revendention concerner	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (IEL CLE)
,Υ	EP-A-0 394 078 (L'	DREAL)	1-19	A61K7/00
	* le document en e			A61K7/032 A61K7/48
	WO-A-9 112 793 (L'O * le document en er	DREAL) itier *	1-19	
	GB-A-2 216 797 (L'0 * le document en er	DREAL)	1-19	
,Υ	EP-A-0 477 053 (L'0 * le document en er	OREAL)	1-19	
				DOMAINES TECHNOUS BECHERCHES (Inc. CL.)
				A61K
	met rapport a été établi pour to			
	A HAYE	07 AVR1L 1993		TERRA CONTACT
				SIERRA GONZALEZ
E: document				